

### KOREAN PATENT ABSTRACTS

(11)Publication

100121427 B1

nu<del>mb</del>er: (43)Date of publication of application:

03.05.1994

(21)Application number: 1019940009707

(22)Date of filing:

27.08.1997

(71)Applicant:

KOREA ELECTRIC POWER

CORPORATION

KOREA ATOMIC ENERGY

RESEARCH INSTITUTE

(72)Inventor:

KANG, DAE-GAP OH, SUK-JIN KIM, SUN-JAI

JÜNG, CHUNG-HWAN KUK, IL-HYUN

(51)Int. CI

C01B 33 /18

(54) LIGHTWEIGHT RIGID SILICA BALL

(57) Abstract:

The lightweight rigid silica ball having a dense outer coat layer, a porous inner layer and a low absorption rate was prepared by heat-treating a silica gel at 700-1,400 deg.C in a thermal resistant crucible furnace. The silica ball has a diameter less than 20 mm, a thickness of 2-1,000um, an apparent density of 0.05-1.5 g/cm3, a Vickers hardness number of 0.5-11.8 GPa, an actual breaking load of 0.5-50 kg. The ball comprises silica more than 98 %, 0.5 % of alumina, ferric oxide less than 0.25, 1.0 % of Na20.



Copyright 1999 KIPO

Legal Status

Date of request for an examination (19940503)

Notification date of refusal decision ()

Final disposal of an application (registration)

Date of final disposal of an application (19970716)

Patent registration number (1001214270000)

Date of registration (19970827)

Number of opposition against the grant of a patent ()

Date of opposition against the grant of a patent ()

Number of trial against decision to refuse ()

Date of requesting trial against decision to refuse ()

BEST AVAILABLE COPY

공고특허특0121427

# (19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. <sup>6</sup> C01B 33/18 (45) 공고일자 1997년11월15일

(11) 공고번호 특0121427

(24) 등록일자 1997년08월27일

(21) 출원번호

특1994-009707

(65) 공개번호

导1995-0031990

(22) 출원일자

1994년05월03일

(43) 공개일자

1995년12월20일

(73) 특허권자

한국원자력연구소 신재인

대전광역시 유성구 덕진동 150번지

한국전력공사 이종훈

서울특별시 강남구 삼성동 167번지

(72) 발명자

강대갑

대전광역시 유성구 신성동 160 한물아파트 110동 1401호

오석진

대전광역시 유성구 어은동 99 한빛아파트 138동 501호

김선재

대전광역시 중구 태평 2동 삼부아파트 27동 22호

정충환

대전광역시 유성구 신성동 160 한물아파트 110동 1106호

국일현

대전광역시 유성구 도룡동 430 현대아파트 103동 602호

(74) 대리인

김경식

십사관: 박용순 (책자공보 제5155호)

# (54) 기볍고 단단한 실리카 구

### 요약

경량 콘크리트 등의 제조에 사용되는 가볍고 단단한 실리카 구에 관한 것으로 더 상세하게는 내부는 다공질 구조를하고 있는 이를 치밀한 외피층이 감싸고 있어서 가벼우면서도 단단하고 흡수율이 매우 낮은 세라믹 구에 관한 것으로서, 시약급 혹은 공업용 실리카 겔을 원료로 사용하여 둥근모양이며 지름이 20mm 이하이고 내부는 다공성이며 두께 2-1000 외피는 치밀층이며 겉보기밀도가 0.05-1.5g/cm이고, 비커스 미세경도가 0.5-11.8GPa이고, 파괴하중이 0.5-50Kg이며 SiO가 98% 이상 조성되어 있으며  $Al_2 O_3$  가 0.5%이하, Fe

203가 0.2% 이하, Na

2O가 1.0% 이하인 것을 특징으로 하는 가볍고 단단한 실리카 구.

### 대표도

도1

#### 명세서

[고안의 명칭]가볍고 단단한 실리카 구[도면의 간단한 설명]제1도는 실리카 구의 외형(동근모양과 매끈한 표면).

제2도는 실리카 구의 단면(다공성 내부조직과 이를 둘러싸고 있는 얇고 치밀한 외피층).

제3도는 치밀한 외피층과 다공성 내부.

제4도는 치밀하고 두께가 균일한 외피층.

# **BEST AVAILABLE COPY**

제5도는 다공성 내부(얇은 판이 얽혀있는 모양)...

제6도는 다공성 내부(갈리진 얇은 판이 얽혀있는 모양).

제7도는 다공성 내부(얇은 판이 생기기 전의 구형 다공질 내부).

[발명의 상세한 설명]본 발명은 경량 콘크리트 등의 제조에 사용되는 가볍고 단단한 실리카 구에 관한 것으로 다공질 구조를 구비하는 내부와 상기 내부를 감싸고 있는 처밀한 외피층으로 구성되어-가벼우면서도 단단하고 흡숙율이 매우 낮은 가볍고 단단한 실리카 구에 관한 것이다.

실리카 구의 모양은 주사전자현미경 사진인 제1도와 같이 대체로 둥근구형이며 표면이 매끄럽다. 색깔은 흰색이며 크기는 대략 지름이 20mm 이내로 3-8mm의 것이 보편적이며 2mm 이하의 작은 것도 있다.

주사전자현미경으로 본 실리카 구의 내부는 아래의 여러 사진과 같다. 제2도는 실리카 구의 단면을 보여주는 낮은 배율 사진으로서, 실리카 구의 전체적 구조를 알 수 있다. 실리카 구는 매우 다공성인 내부가 거의 대부분을 차지하고 있고 이 다공성 내부를 얇고 치밀조직인 외피층이 둘러싸고 있다. 좀더 높은 배율로 보면 제3도와 같이 다공성 내부와 기공이 없이 치밀한 외피층이 뚜렷이 구분된다. 외피층은 기공이 없이 치밀하고 두께가 매우 균일하다. 더욱이 내부의 기공이 잘 생성된 경우에는 제4도와 같이 두께가 균일하고 치밀한 외피층이 형성된다. 외피층의 두께는 실리카구의 지름에 따라 차이가 있으나 대략 2~100㎞가량된다.

내부 다공성 조직의 모양은 대체적으로 제5도와 같이 얇은 판이 얽혀있는 모양을 하고 있으며 고온열처리 조건에 따라 조금씩 차이가 있어서 제6도와 같이 얇은 판들이 갈라지거나 혹은 제7도와 같이 얇은 판이 아직 생기기 전 단계로 구형의 미세한 기공이 많은 모양을 하는 것도 있다.

이와 같이 실리카 구가 다공성이면서 치밀한 외피층이 밖을 둘러싸고 있어서 실리카 구의 밀도는 매우 낮다. 실리카 구의 밀도는 구의 크기에 따라 조금씩 차이가 있으나 대략 0.05-1.5g/cm으로 석영, 알루미나등 일반적인 세라믹 재료보다 훨씬 가볍고 대분의 실리카 구의 밀도는 0.1-0.5g/cm 범위에 있어서 물에 뜬다. 무게는 매우 작아서 실리카구 하나의 무게는 대략 0.1g 이하였다.

실리카 구는 거의 순수한 이산화규소(실리카)로 이루어졌으며 원소 분석을 한 결과 대체적으로 Ca, Mg, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Fe, Al, Na 등이 미량의 불순물로 들어 있는데 이 중에서 Al $_2$  O $_3$  및 Fe $_2$ O $_3$  등이 주요 불순물이다. 이들 불순물의 함량은 사용원료의 순서에 따라 조금씩 차이가 났다.

실리카 구는 무게를 낮추고자 하는 곳에 이용할 수 있다. 즉 시멘트 혹은 콘크리트에 섞어서 사용함으로서 경량 시켄트 혹은 경량 콘크리트를 만들 수 있으며, 융점이 낮은 금속이나 합금 혹은 플라스틱 소재 혹은 세라믹 소재와 섞어서 경량소재를 만들 수 있다. 또한 내부가 다공성인 만큼 열전도도가 일반 세라믹소재에 비하여 크게 낮을 것으로 예상되며 따라서 좋은 단열재료로 쓰일 수 있다. 이와 같이 경량건축재료 혹은 경량단열재료 등으로 용도가 예상된다. 한편 물에 뜨는 성질을 이용하여 실리카 구로 부표를 만들거나 둥글고 흰색을 이용하여 장식용으로 쓸 수도 있다.

실리카 구를 만들기 위하여 사용한 원료는 실리카 겔로서 시약급의 고순도 실리카 겔로부터 불순물이 많은 공업용실리카 겔까지 모두 원료로 사용할 수 있다. 원료인 실리카 겔을 내열성 도가니에 넣고 700~1400℃의 고온으로 열처리함으로써 실리카 구를 만든다.

이때 실리카 겔은 고온 즉, 실리카 구로 바뀌는 과정에서 도가니 등과 반응을 거의 하지 않기 때문에 사용되는 도가 니는 열처리 동안에 용기로써의 역할을 다할 수 있는 알루미나 도가니와 같은 세라믹재질 도가니 혹은 내열 금속재 질 도가니를 사용한다.

상기와 같은 도가니에 원료인 실리카 겔을 담고 700-1400˚C의 온도에서 열처리함으로써 실리카 구를 얻는다. 이때 중요한 공정인자는 최고 열처리온도로써 이 범위를 벗어나는 경우에는 실리카 구(다공질 구조를 구비하는 내부와 치밀하고 단단한 외피로 구성된 실리카 구)를 얻지 못하게 된다. 즉, 700˚C 이하의 낮은 온도에서는 원료가 다공질 구조를 구비하는 내부와 치밀하고 단단한 외피로 구성된 실리카 구로 충분히 바뀌지 않으며, 1400˚C가 넘는 고온에서는 치밀하고 단단한 외피가 이루어지지 않는다.

본 발명의 사용원료와 발명물인 가볍고 단단한 실리카 구의 물성은 아래의 표 1과 같다.

[표1] 사용원료와 가볍고 단단한 실리카 구의 물성 **BEST AVAILABLE COPY** 

テ	ŧ.	મ +	비끄
4	5	실리카 계	시약급, 공업용
	ъ <b>"</b>	<del>통한</del> 구	
	<b>3</b> 7	지를 20mm 이하	•
	네부구조	다음생	
ļ	의기두에	2-1000pm	
실리카 구	겉보기밀도	0.05-1.5g/cm²	의미승두에서 따라 변화
Í	비커스비색경도	0.5-11.8GPs	
1	파괴하장	0.5-50Kg	•
	# 4	SiO. 98% •14	
	주요분순률	ALO: 0.5% 이하 Fe <sub>0</sub> O: 0.2% 이하	
1	•	NewO 1.0% of th	

발명의 실시예는 다음과 같다.

실시예 1은 실리카 겔을 알루미나 도가니에 담고 대기중에서 시간당 120℃의 속도로 1100℃까지 가열한 뒤 1시간 유지하여 고온열처리한 다음 상온으로 냉각한 경우이며, 실시예 2는 실시예 1과 같은 조건에서 가열속도가 시간당 60℃인 경우이다.

수많은 열처리 실험을 통하여 위와 같은 열처리 온도범위를 확인하였는바, 승온속도를 시간당 60-120 0로하여 110 ℃까지 온도를 올린 뒤, 이 온도에서 1시간 열처리한 다음 상온으로 냉각하였을 때 가장 품질이 좋은 실리카 구 를 얻을 수 있다.

만들어진 실리카 구의 물성을 표 2에 정리하였다.

[#2]

. <b>*1</b>	분 :	끝 생		_
<del>7</del>		실시에 1	실시에 2	- 비・ 교
શ	£.	실리카겐(공덕용)	실리카겐(시약급)	
실미카 구	모 양	<b>동군 구</b>	<b>*</b> 근 구	
	크 기	지통 69mm	지를 2.6mm	•
	내부구조	나공생	다용성	
	의 부 구 조	치민송	치밀증	
	의 의 두 제	80 µm	250 µm	
	겉보기 두 제	0.93g/cm <sup>2</sup>	0.10g/cm <sup>3</sup>	
	비커스미셔경도	7.55GPa	10,48GPa	
	과 겨 하 중	7.5Kg	18.5Kg	
	조 생	SiO: 99.5% 이상	SiO <sub>2</sub> 99.5% 이상	
	41464	ALO: 8.05% Fe/O: 8.42% Ne/O 8.25%	ALO: 0.17% Fao: 0.81% Nao: 0.25%	·

이상과 같이 본 발명은 승온, 최고온도에서의 유지, 그리고 다시 상온으로의 냉각으로 다공질 구조를 구비하는 내부 와 상기 내부를 감사고 있는 치밀한 외피층으로 구성되어 가벼우면서도 단단하고 흡수율이 매우 낮은 가볍고 단단한 실리카 구를 제조할 수 있다.

# (57)청구의 범위

## 청구항1

시약급 혹은 공업용 실리카 겔을 원료로 사용하여 둥근 모양을 구비하고 지름이 20mm 이하이며 내부는 다공성이고 두께 2-1000ஊ의 외피는 치밀층이며 겉보기 밀도가 0.05-1.5g/cm이며, 비커스미세경도가 0.5-11.8GPa이고, 파괴 하중이 0.5-50Kg이며 SiO

<sub>2</sub>가 98% 이상 조성되어 있으며 Al₂O₃ 가 0.5% 이하, Fe

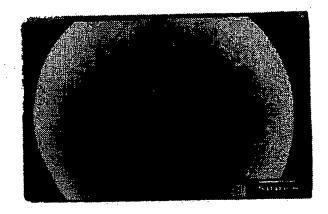
<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 가 0.2% 이하, Na

 $_2$ O가 1.0% 이하인 것을 특징으로 하는 가볍고 단단한 실리카 구.

### 청구항2

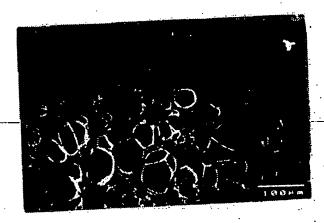
제1항에 있어서, 외형은 둥근모양과 매끈한 표면이고, 단면은 구형 다공성조직과 이를 둘러싸고 있는 얇고 치밀하고 두께가 균일한 외피층이며, 다공성 내부는 얇은 판이 얽혀있는 모양을 하거나 구형의 미세한 기동이 많은 모양을 포 함하는 것을 특징으로 하는 가볍고 단단한 실리카 구.

# 도면 도면1

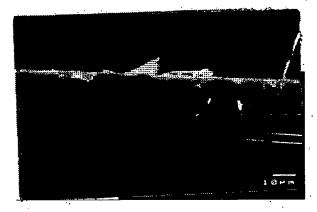




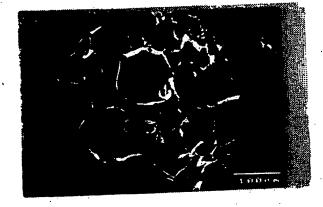
도면3



도면4



도면5



도면6



도면7

